

DIALOG(R)File 352:Derwent WPI
(c) 2002 Derwent Info Ltd. All rts. reserv.
008535346

WPI Acc No: 1991-039409/199106

XRAM Acc No: C91-016859

Laminar monocrystalline base plate - having monocrystalline aluminium nitride thin film, formed by reacting aluminium (cpd.) with nitrogen cpd.

Patent Assignee: ASAHI CHEM IND CO LTD (ASAHI)

Number of Countries: 001 Number of Patents: 001

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
JP 2153896	A	19900613	JP 88277269	A	19881104	199106 B

Priority Applications (No Type Date): JP 88277269 A 19881104

Abstract (Basic): JP 2153896 A

Laminar monocrystalline base plate has a monocrystalline thin film of aluminium nitride whose half-width value of X-ray rocking curve (sic) does not exceed 0.50 degree. Alternatively, it comprises a monocrystalline base plate, an amorphous aluminium nitride film over it with a thickness of 1 nm to less than 180 nm, and a monocrystalline thin film over the amorphous film, of aluminium nitride. Metal aluminium or an aluminium cpd. is reacted with a nitrogen cpd. to synthesise a monocrystalline aluminium nitride film over a monocrystalline base plate of a different species in a gas phase, with preliminary formation of the intervening amorphous aluminium nitride film.

In an embodiment, over an R surface of sapphire an amorphous AlN film was formed by sputtering in Ar/N₂ (70%/30%) gas mixt. Then monocrystalline AlN film was formed by chemical vapour deposition.

ADVANTAGE - Good crystallinity. (4pp Dwg.No.0/0)

Title Terms: LAMINA; MONOCRYSTAL; BASE; PLATE; MONOCRYSTAL; ALUMINIUM; NITRIDE; THIN; FILM; FORMING; REACT; ALUMINIUM; COMPOUND; NITROGEN; COMPOUND

Derwent Class: L02; M13

International Patent Class (Additional): C30B-025/18; C30B-029/38

File Segment: CPI

DIALOG(R)File 347:JAPIO

(c) 2002 JPO & JAPIO. All rts. reserv.
03178396

LAMINATED SINGLE CRYSTAL SUBSTRATE HAVING ALUMINUM NITRIDE
SINGLE CRYSTAL

THIN FILM AND PRODUCTION THEREOF

PUB. NO.: **02-153896** [JP 2153896 A]

PUBLISHED: June 13, 1990 (19900613)

INVENTOR(s): KAYA TATSUYOSHI
SUGANO YASUTO
AKASHI HIROYASU

APPLICANT(s): ASAHI CHEM IND CO LTD [000003] (A Japanese Company or
Corporation), JP (Japan)

APPL. NO.: 63-277269 [JP 88277269]

FILED: November 04, 1988 (19881104)

INTL CLASS: [5] C30B-029/38; C30B-025/18

JAPIO CLASS: 13.1 (INORGANIC CHEMISTRY -- Processing Operations)

JOURNAL: Section: C, Section No. 754, Vol. 14, No. 406, Pg. 51,
September 04, 1990 (19900904)

ABSTRACT

PURPOSE: To obtain an AlN single crystal thin film having improved crystallinity by forming an amorphous AlN film on a single crystal substrate and forming a prescribed AlN single crystal thin film on the amorphous film.

CONSTITUTION: An amorphous AlN film having a thickness of 1-180nm is formed on a single crystal substrate such as sapphire R surface by vapor process such as sputtering. AlBr₃ used as Al source is made to react with NH₃ used as N source on the formed film in H₂ gas under about 100Torr at a substrate temperature of about 1,150 deg.C by a vapor process such as CVD process. The obtained synthetic film is evaluated to obtain a laminated single crystal substrate having AlN single crystal films having the half-value width of the X-ray locking curve of <0.50.

⑫ 公開特許公報 (A) 平2-153896

⑬ Int. Cl.
C 30 B 29/38
// C 30 B 25/18

識別記号
8518-4G
8518-4G

⑭ 公開 平成2年(1990)6月13日

審査請求 未請求 請求項の数 3 (全4頁)

⑮ 発明の名称 窒化アルミニウム単結晶薄膜を有する積層単結晶基板及びその製造法

⑯ 特 願 昭63-277269
⑰ 出 願 昭63(1988)11月4日

⑱ 発明者 嘉屋 樹 佳 神奈川県川崎市川崎区夜光1丁目3番1号 旭化成工業株式会社内
⑲ 発明者 香野 康 人 神奈川県川崎市川崎区夜光1丁目3番1号 旭化成工業株式会社内
⑳ 発明者 明石 景 泰 神奈川県川崎市川崎区夜光1丁目3番1号 旭化成工業株式会社内
㉑ 出願人 旭化成工業株式会社 大阪府大阪市北区堂島浜1丁目2番6号

明細書

1. 発明の名称

窒化アルミニウム単結晶薄膜を有する積層単結晶基板及びその製造法

2. 特許請求の範囲

Ⅰ X線ロッキングカーブの半値幅が、0.50未満である窒化アルミニウム単結晶薄膜を有する積層単結晶基板

Ⅱ 単結晶基板上に1nm~180nm未満のアモルファス窒化アルミニウム膜があり、その上に窒化アルミニウム単結晶薄膜がある積層単結晶基板

Ⅲ 金属アルミニウムあるいはアルミニウム化合物と窒素化合物とを反応させ、異種単結晶基板上に窒化アルミニウム単結晶薄膜を気相法により合成する際、あらかじめ単結晶基板上にアモルファス窒化アルミニウム膜を成膜し、そのアモルファス窒化アルミニウム膜の上に窒化アルミニウム単結晶薄膜を成膜する積層単結晶基板の製造法

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は窒化アルミニウム(以下、AlNと略す)単結晶薄膜を有する積層単結晶基板及びその製造法に関するものである。

(従来の技術)

気相法によるAlN単結晶薄膜の合成方法としては、従来反応原料として金属AlとN₂ガスを用いたMolecular Beam Epitaxy法(以下、MBE法)、同じく金属AlとN₂ガスを用いたスパッタ法、塩化アルミニウムとアンモニアガスを用いたChemical Vapor Deposition法(以下、CVD法)、トリメチルアルミニウムとアンモニアガスを用いた有機金属CVD法(以下、MOCVD法)が報告されている。

AlN単結晶薄膜は高い絶縁性(バンドギャップは5.2eV)を有する圧電性膜である。その高い絶縁性を利用してIII-V族化合物半導体のバックペインション膜としての応用が考えられている。また、弹性表面波(Surface Acoustic Wave、以下、

SAWと略する) の伝搬速度(以下、 V_s) が圧電体の中で最も大きいことから高周波領域のSAWフィルターに代替されるSAWデバイスとしての応用が期待されている。

AIN单結晶薄膜を高周波領域のSAWフィルターとして応用する際の問題点としてはAIN单結晶薄膜の結晶性の不均一性ということが挙げられる。SAWフィルターにおける中心周波数その他フィルター特性はSAWの伝搬特性と圧電体上に構成される複数電極パターン(Inter Digital Transduser、以下IDT)によって決定される。結晶性の不均一性は直接SAWの伝搬特性に影響し、即ちフィルター特性に影響する。従って、AIN单結晶薄膜をSAWフィルターとして応用する場合において、AIN单結晶薄膜の結晶性の改善は避けがたい問題である。

AIN单結晶薄膜の結晶性が不均一になる原因は二通り考えられ、ひとつは酸素などの不純物がAIN膜中に固溶することであり、もうひとつは基板单結晶との物性不整合すなわち格子定数のず

れ及び熱膨張係数の差によって生じた格子歪み、応力歪みである。特に、後者の原因については、ヘテロエピタキシー一般の問題点でありこれを解決することが本目的に対して肝要である。

〔発明が解決しようとする課題〕

従来技術の上記問題を解決した高品位のAIN单結晶薄膜を有する積層单結晶基板とそれを製造する方法を開示するものである。

〔課題を解決するための手段〕

上記目的を達成するために、本発明は、X線ロッキングカーブの半値幅が、0.50未満である窒化アルミニウム单結晶薄膜を有する積層单結晶基板を提供するものであり、具体的には、单結晶基板上に1nm~180nm未満のアモルファス窒化アルミニウム膜があり、その上に窒化アルミニウム单結晶薄膜がある積層单結晶基板を提供するものである。そして、その製造法として、金属アルミニウムあるいはアルミニウム化合物と窒素化合物とを反応させ、異種单結晶基板上に窒化アルミニウム单結晶薄膜を気相法により合成する際、あら

かじめ单結晶基板上にアモルファス窒化アルミニウム膜を成膜し、そのアモルファス窒化アルミニウム膜の上に窒化アルミニウム单結晶薄膜を成膜する積層单結晶基板の製造法を提供するものである。

ヘテロエピタキシーにおける界面の物性不整合による成長結晶層の結晶性劣化を改善する技術には大別して二通り試みられてきている。ひとつは歪み超格子をヘテロ界面に施し、ミスフィット転位の伝搬を防ぎ高品位の单結晶薄膜を得るものである。もうひとつは、ヘテロ界面に極薄いアモルファス層を低温において成長させ次に通常の成長温度でエピタキシャル成長を行うもので、一般的には二段階成長法と呼ばれている。二段階成長法の報告例を第1表にまとめた。本発明はこの二段階成長法の考え方分類されるものである。

AINのヘテロエピタキシーに関する限り、二段階成長法を試みた報告例は無く、たとえば、サファイアを基板として用いMOCVDによってエピタキシャル成長を行う場合において、エピタキ

シーにさきがけてアンモニアガスによりサファイア表面を窒化することによって成長結晶層の結晶性を改善する報告があるのみである。(Jpn.J. Appl. Phys. 27, L161 (1988))

本発明の実施にあたってAINの原料となる物質は特に限定されない。また、アモルファスAIN膜の合成時とAIN单結晶薄膜の合成時で原料が変わっていても差支えない。要は、アモルファスAIN膜及びAIN单結晶薄膜を合成する際に单結晶基板上において気相化されていることが肝要である。本発明において使用される单結晶基板は特に限定はされないが、SAWデバイスとして用いられる場合にはサファイアR面及びC面、SI单結晶(111)面などを使用することが好ましい。アモルファスAIN膜の合成方法は特に限定されるものではなく、スパッター法、CVD法、プラズマCVD法、光CVD法、蒸着法など気相法による成膜方法であればなんでも良い。AIN单結晶薄膜の合成方法は特に限定されるものではなく、MBE法、スパッター法、MOCVD法、

第1表 ハロエピタキシーにおける二段階成膜法の例

基板	アモルファス層	アモルファス層合計	エピタキシー層	アモルファス層	報告
SiO ₂ /Si	2.0 nm	2.0 nm	スパッタ	CVD	1.3 nm J.J.A.P. 22, 173 (1978)
SiC/Si	4.5 nm	4.5 nm	HPAバッター	CVD	<1.0 nm J.E.S. 122, 2674 (1980)
Si/Si	4.1 nm	4.1 nm	スパッタ	CVD	2 nm J.J.A.P. 22, 1541 (1981)
Si ₃ N ₄ /Si	4.0 nm	4.0 nm	MOCVD	MOCVD	<2.0 nm J.C.S. 69, 3566 (1980)
Si ₃ N ₄ /Al _x Si _{1-x}	4.0 nm	4.0 nm	MBE	MBE	1.0 nm J.J.A.P. 23, 1843 (1984)

J.J.A.P.: Jpn.J. Appl. Phys.
J.E.S.: J. Electrochem. Soc.
J.C.S.: J. Cryst. Growth

上に成膜することによって高温におけるエピタキシー時に単結晶基板と原料ガスとの反応を防ぎ基板損傷を抑え、三次元核成長を防止していることが影響しているものと考えられる。なお、AlN単結晶薄膜の結晶性の評価にはX線ロッキングカーブの半値幅をもって行った。測定に用いたのは(株)リガク製RAD-Aシリーズであり、発散スリット及び散乱スリットは1/6°のものを用い、受光スリットは0.3mmのものを用いた。

(実施例)

以下、本発明につき実施例を挙げて説明する。

(1) 単結晶基板	サファイアR面
(2) アモルファス	
AlNの合成方法	スパッタ法
スパッターターゲット	Al
雰囲気ガス	Ar: 70%
反応圧力	N ₂ : 30%
基板温度	0.06 Torr
(3) AlN単結晶	300°C

CVD法、蒸着法など気相法によってAlN単結晶薄膜が合成できる方法であればなんでも良い。また、二段階の成膜方法は必ずしも同一である必要はなく、また同一の反応室で成膜される必要もない。AlN単結晶薄膜の結晶性向上に対して効果のあるアモルファスAlN膜の膜厚は二段階の成膜方法によって若干異なり、厳密には定められないが、1nm未満であればその効果が薄く、また180nm以上の場合にはアモルファスAlN上にはAlN多結晶膜が成長してしまう。従って、該膜厚は1nm以上180nm未満が好ましく、特に5nm以上100nm以下である場合にはその効果が高い。界面にアモルファス層を介在させながらヘテロエピタキシャル成長が可能である理由は定かではないが、エピタキシーを行うまでの昇温過程においてアモルファスAlN膜がアニールされ局部的に単結晶化されたものと考えられる。また、二段階成長法によってAlN単結晶薄膜の結晶性が向上する理由も明らかではないが、格子不整合を除去すると同時に、低温でAlN膜を単結晶基板

薄膜の合成方法

Al源	CVD法
N源	AlBr ₃
雰囲気ガス	N ₂
反応圧力	100 Torr
基板温度	1150°C

このような条件下でアモルファスAlN膜の膜厚を変化させて合成を行い、X線ロッキングカーブによってAlN単結晶薄膜の結晶性の評価を行った。なお、単結晶薄膜の膜厚は3.0μmに揃えた。以上の実施例の結果を第2表にまとめた。比較例としてアモルファスAlN膜を界面に介在させない場合の結果も合せて記載した。第2表から明らかなようにアモルファスAlN膜を介在させない場合のロッキングカーブの半値幅に比べて、1nm以上180nm未満のアモルファスAlN膜を介在させた場合のロッキングカーブの半値幅は小さな値となり、即ちAlN単結晶薄膜の結晶性が向上したことが確認される。

第2表 実施例結果

アモルファスAlNの膜厚 (nm)	ロッキングカーブの半値幅 (degree)
0	0.50
5	0.48
20	0.39
40	0.30
60	0.28
80	0.31
100	0.35
120	0.38
140	0.39
160	0.45
180	0.50
200	0.60

(発明の効果)

本発明によれば、結晶性の良好なAlN単結晶
薄膜を有する複層単結晶基板を得ることができる。

特許出願人 旭化成工業株式会社